# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平9-176100

(43)公開日 平成9年(1997)7月8日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	設別記号	庁内整理番号	FΙ		技術表示箇所
C 0 7 C 233/69		9547-4H	C 0 7 C 23	3/69	
A01N 37/38			A01N 3	7/38	
37/40			3	7/40	
37/48			3	7/48	
C 0 7 C 213/02		7457 – 4H	C 0 7 C 21	3/02	
		審査請求	未請求 請求項	画の数5 OL (全 1	9頁) 最終頁に続く
(21) 出願番号	特願平8-279180		(71)出顧人	000000206	
,				宇部興産株式会社	
(22)出顧日	平成8年(1996)10	月22日		山口県宇部市西本町	1丁目12番32号
			(72)発明者	藤井 勝利	
(31)優先権主張番号	特顧平7-275630			山口県宇部市大字小	串1978番地の5 宇部
(32)優先日	平7 (1995)10月24	B		興産株式会社宇部研	究所内
(33)優先権主張国	日本(JP)		(72)発明者	秦野 耕司	
				山口県宇部市大字小	申1978番地の5 宇部
				與產株式会社宇部研	究所内
			(72)発明者	敷田 庄司	
				山口県宇部市大字小	串1978番地の5 宇部
				興產株式会社宇部研	究所内
		(1)			最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 N- [(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル]ベンズアミド化合物、中間体、それらの製 法及び機関芸用の有害生物防除剤

#### (57)【要約】

【課題】 殺線虫、殺ダニ、殺菌剤として有用なN-((フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル】ベンズ アミド誘導体の提供。

【解決手段】 本発明のN-〔(フルオロアルコキシ) フェノキシアルキル〕ベンズアミド化合物は、次式

## (1):

[化30]

$$\begin{array}{c|c}
R^3 & R^1 & OC_xH_yF_zC\ell_m \\
\hline
 & NH + CH_2 \rightarrow 0
\end{array}$$

(式中、 $R^1$  及び $R^3$  は、同一又は相異なってもよい水素原子、ハロゲン原子、 $C1\sim4$  アルコキシ基、 $C1\sim4$  アルコキシ基、 $C1\sim4$  ハロゲン原子、 $C1\sim4$  水酸基を表し; $R^2$  は、水素原子、ハロゲン原子、 $C1\sim4$  アルキン基、 $C1\sim4$  アルコキシ基を表し; $R^3$  は、水素原子、 なず原子を表し; $R^3$  なば $R^3$  ながなが、 $R^3$  なが、 $R^3$  な

 $\sim$ 2の整数を表す。ただし、2x+1=y+z+mである。) で示される。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次式(1):

【化1】

$$\begin{array}{c}
R^{3} \\
 & A \\
 & R^{2}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
 & OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m} \\
 & OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
 & OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m} \\
 & OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}
\end{array}$$

1

で示されるN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシア ルキル] ベンズアミド化合物。なお、式中のR'~ R', A, n, x, y, z及びmは、次の通りである。 R' は、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数1~4の アルキル基, 炭素原子数1~4のアルコキシ基, 炭素原 子数1~4のハロアルキル基、炭素原子数1~4のハロ アルコキシ基、シアノ基、ニトロ基、又は水酸基を表 す。R1 は、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数1~ 4のアルキル基、又は炭素原子数1~4のアルコキシ基 を表す。R'は、水素原子,ハロゲン原子,炭素原子数 1~4のアルキル基、炭素原子数1~4のアルコキシ 基, 炭素原子数1~4のハロアルキル基, 炭素原子数1 20 ~4のハロアルコキシ基、シアノ基、又はニトロ基を表 す。Aは、酸素原子、又は硫黄原子を表す。nは、1~ 6の整数を表す。xは、1~4の整数を表す。yは、0 ~6の整数を表す。 z は、2~9の整数を表す。 mは、  $0 \sim 2$ の整数を表す。ただし、2x+1=y+z+mで ある。

【請求項2】 次式(2):

【化2】

$$NH_2 + CH_2 + O - OC_xH_yF_zC\ell_m$$

$$(2)$$

(式中、n, x, y, z及びmは、請求項1の記載と同 義である。)で示される(フルオロアルコキシ)フェノ キシアルキルアミン化合物と次式(3):

[化3]

$$\mathbb{R}^{3} \xrightarrow{\mathbb{R}^{1}} \mathbb{Q}$$

(式中、R1 ~R3 及びAは、請求項1の記載と同義で ある。L'は、ハロゲン原子、又は水酸基を表す。)で 示されるカルポン酸化合物とを反応させることを特徴と する請求項1記載の式(1)においてAが酸素原子で示 されるN-((フルオロアルコキシ)フェノキシアルキ ル] ベンズアミド化合物の製法。

【請求項3】 次式(2):

(化4)

\* (式中、n, x, y, z及びmは、請求項1の記載と同 義である。)で示される(フルオロアルコキシ)フェノ キシアルキルアミン化合物。

【請求項4】 次式(4):

【化5】

$$L^{2} + CH_{2} + O \longrightarrow (4)$$

(式中、L'は、ハロゲン原子、メタンスルホニルオキ シ基、又はトルエンスルホニルオキシ基を表す。n, x, y, z及びmは、請求項1の記載と同義である。) で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル 化合物をアミノ化することを特徴とする請求項3記載の 式(2)で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシ アルキルアミン化合物の製法。

【請求項5】 請求項1記載の式(1)で示されるN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル〕ベンズ アミド化合物を有効成分とする農園芸用の有害生物防除

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、殺線虫剤、殺ダニ 剤、殺菌剤などとして有用な農園芸用の有害生物防除剤 である新規なN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシ 30 アルキル]ベンズアミド化合物に関するものである。

[0002]

[従来の技術] 本発明の目的化合物に近似するベンズア ミド化合物としては、次に示す(1),(2) などが知られ ている。

(1) 特開平1-105784号公報には、次式:

[0003] 【化6】

【0004】 (式中、R及びR' は、水素原子, ハロゲ ン原子、ニトロ基、アルキル基、アリル基、シクロアル キル基、アルコキシ基、アリルオキシ基を表し; Zは、 炭素原子数2~4のアルキレンを表す。なお、この式で 定義したR、R'及びZは、この式だけに限定する。) で示される化合物が、写真材料として有効であることが 記載されている。

(2) 特開平1-151546号公報には、次式:

[0005] 50

【化7】

$$\begin{array}{c|c}
R^4 & R^2 \times & R^5 & R^6 \\
\hline
C & N & CH_2 \rightarrow R^7
\end{array}$$

[0006] (式中、XはO, S又はNOHであり、R ' はH又はCH, であり、nは1, 2又は3であり、R <sup>1</sup>, R<sup>3</sup> 及びR<sup>1</sup> は以下のパラグラフ:

- a) R' 及びR' は個別にCl又はBrであり、R' は Hである:
- b) R', R'及びR'は個別にCI又はBrである:
- c) R' はFであり、R' はClであり、R' はHであ
- d) R'及びR'はCH、又はC、H、であり、R'は Hであるのいずれかで定義され、

【0007】R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>及びR<sup>7</sup>は以下のパラグラフ: a) R'とR'の一方はCF,であり、R'及びR'と R' の他方はHである:

- b) R<sup>5</sup> 及びR<sup>6</sup> はHであり、R<sup>7</sup> はF, Cl又はBr である:
- c) R<sup>5</sup> 及びR<sup>7</sup> は個別にF, CI又はBrであり、R ' はHである:
- d) R<sup>5</sup> 及びR<sup>6</sup> は個別にF, Cl又はBrであり、R ' はHである:
- e) R<sup>6</sup> 及びR<sup>7</sup> は個別にF, Cl又はBrであり、R 'はHである:又は
- f) R<sup>6</sup> はフェノキシであり、R<sup>6</sup> 及びR<sup>7</sup> はHである のいずれかで定義される。なお、この式で定義したR' ~R', n及びXは、この式だけに限定する。) で示さ 30 れる化合物が、殺菌剤として有効であることが記載され ている。

【0008】本発明の原料化合物に近似する(フルオロ アルコキシ) フェノキシアルキルアミン化合物として は、次に示す(3)~(6)などが知られている。

(3) 特開昭61-44846号公報には、次式: [0009]

[化8]

【0010】〔式中、m及びm'は、それぞれ独立して 0又は1であり; nは、0~3の整数であり; Rは、C 1~4アルキル、C2~8アルケニル、C2~8アルキ ニル、C1~8ハロアルキル、C2~8ハロアルケニ ル、C2~8ハロアルキニル、C2~10アルコキシア ルキル、C2~10アルキルチオアルキル、C3~8シ クロアルキル、C3~8ハロシクロアルキル、C4~1 2シクロアルキルアルキル, ヘテロシクロアルキル又は 50

ヘテロシクロアルキルアルキルであり; R'~R'及び R! はそれぞれ独立して水素又はC1~8アルキルであ  $p: R^{7}$  は $C1\sim8$  アルキル、 $C2\sim8$  アルケニル、C2~8アルキニル、C1~8ハロアルキル、C2~8ハ ロアルケニル、C2~8ハロアルキニル、C3~8シク ロアルキル, С4~12シクロアルキルアルキル又はフ ェニルであって非置換のもの、又は環の炭素原子の1, 2又は3の位置がC1~8アルキル、C1~8ハロアル キル, C1~8アルコキシ, C1~8ハロアルコキシ, 10 ハロゲン、ニトロ、シアノ及びC1~8アルキルチオか ら選ばれる基によって置換されるフェニルであり、ただ し、X'がNR'であるときは、R'もまた、置換又は 非置換のフェニルチオ及びS-C(SH,),-CN基 から選ぶことができ; R'は、水素原子であり、あるい はR'の定義から選ばれ;Wは、酸素、硫黄、NR<sup>®</sup>、 CR' R' 又はカルボニルであり; W' は、酸素, 硫 黄, NR', CR' R', カルボニル, スルフィニル又 はスルホニルであり; X及びYは、それぞれ酸素, 硫黄 又はNR<sup>®</sup>であり; X'は、酸素、硫黄又はNR<sup>®</sup>であ り; Zは、C1~8アルキル, C1~8ハロアルキル又 はハロゲンである。なお、この式で定義したm, m', n, R, R' ~R', W, W', X, X', Y及びZ は、この式だけに限定する。〕で示される化合物が、殺 虫剤として有効であることが記載されている。

[0011](4)特開昭61-68470号公報には、

[0012]

(化9)

20

【0013】(式中、R' は低級アルキル基, 低級アル コキシー低級アルキル基又は炭素原子数3~8のシクロ アルキル基を示し; R¹ はフルオロ置換-低級アルキル 基を示し;Xは酸素原子又は硫黄原子を示し;Yはハロ ゲン原子又は低級アルキル基を示し; mは0, 1又は2 を示し; nは2~6の整数を示す。なお、この式で定義 したR', R', X, Y, m及びnは、この式だけに限 定する。〕で示される化合物が、殺菌剤として有効であ ることが記載されている。

(5) 特開昭62-149659号公報には、次式: [0014]

【化10】

【0015】〔式中、R'及びR'は、同一又は異なる 低級アルキル基を表し; R'及びR'は、同一又は異な る低級アルキル基を表し; R'及びR'は、同一又は異 なって、水素原子、ニトロ基、シアノ基、ハロゲノ低級 アルキル基, 低級アルケニル基, 水酸基, ハロゲノ低級 アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、アラルキルオ キシ基、アラルケニルオキシ基、カルボキシ基、低級ア ルコキシカルボニル基,次式:

[0016]

【化11】

$$-N < \frac{R^{10}}{R^{11}}$$

【0017】(式中、R'\*及びR''は、同一又は異な り、水素原子又は低級アルキル基を表す。ただし、R<sup>10</sup> 及びR''は隣接する窒素原子と一体になってピロリジン 環、ピペリジン環、モルホリン環、又は4位の窒素原子 が低級アルキル基で置換されてもよいピペラジン環を形 成してもよい。)で示される基、次式:

[0018]【化12】

$$-\overset{(O)_n}{s}-\overset{R^{10}}{\sim}$$

【0019】(式中、R''及びR''は、前記と同義であ る。) で示される基を表し; R' 及びR は、同一又は 異なり、水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、低級アル キル基, 水酸基, 低級アルコキシ基, 低級アルカノイル アミノ基、又は隣接するときベンゼン環と一体となった 30 ナフチル基を表し; A<sub>1</sub>は、アルキレン基、アルケニレ ン基, 又はアルキニレン基を表し; R\* は、水素原子又 は低級アルキル基を表し; Bは、単結合又はCH, Oを 表し; nは、0,1又は2を表す。ただし、R5及びR 6 が、同一又は異なり水素原子もしくはニトロ基である ときは、R'が低級アルキル基又はA」が分岐状のアル キレン基、アルケニレン基もしくは分岐状のアルキニレ ン基を表す。なお、この式で定義したR'~R'',

A, , B, m及びnは、この式だけに限定する。〕で示 される化合物が、カルシウム拮抗作用及び交感神経β受 40 容体遮断作用を有することが記載されている。

(6) 特開平2-142772号公報には、次式:

[0020]

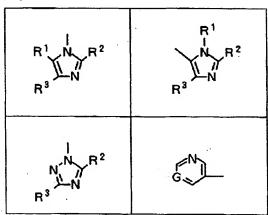
【化13】

【0021】 (式中、Arは、非置換又は1個以上のハ ロゲン, C1~3アルキル, C1~3ハロアルキル, C 50 ベンズアミド化合物を有効成分とする殺線虫剤, 殺ダニ

2~4アルケニル、C2~4ハロアルケニル、C1~3 アルコキシもしくはC1~4ハロアルコキシを置換基と して有するフェニル基、非置換又は1個以上のハロゲン もしくはС1~3ハロアルキルを置換基として有するピ リジル基を表し; K, X及び2は、互いに独立して、O 又はSを表し; B, 及びB, は、同一又は異なって、C 1~6アルキリデンを表し; Rh, は、1~9のハロゲ ン原子を有するC1~6ハロアルキル、1~9のハロゲ ン原子を有するС1~6ハロアルケニル、С3~8ハロ 10 アルコキシアルキル、C3~8ハロアルコキシアルケニ ルを表し(ハロゲンは好ましくはフッ素である);A は、表1に記載した複素環を表す(式中、R'~R ³ は、同一又は異なってもよく、H, C1~6アルキ ル、C1~6ハロアルキル、C2~6アルケニル、C2 ~6ハロアルケニル、C2~6アルキニル、C2~6ハ ロアルキニルを表し;Gは、CH又はNを表す。)。な お、この式で定義したAr、K、X、Z、B、、B、、 Rh<sub>1</sub>, A, R'~R<sup>3</sup> 及びGは、この式だけに限定す る。〕で示される化合物が殺菌剤として有効であること 20 が記載されている。

[0022]

【表 1】



【0023】しかしながら、本発明のようなアミン部位 が (フルオロアルコキシ) フェノキシアルキルアミノ基 であるN- ((フルオロアルコキシ) フェノキシアルキ ル) ベンズアミド化合物及び(フルオロアルコキシ)フ ェノキシアルキルアミン化合物の開示は認められない。 従って、本発明のN-〔(フルオロアルコキシ)フェノ キシアルキル〕ベンズアミド化合物及び(フルオロアル コキシ)フェノキシアルキルアミン化合物は新規化合物 であり、N-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシアル キル] ベンズアミド化合物が、殺線虫剤、殺ダニ剤、殺 菌剤などとして有用な農園芸用の有害生物防除活性を有 することについても知られていない。

[0024]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、新規 なN-((フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル〕

剤, 殺菌剤などとして有用な農園芸用の有害生物防除剤 を提供することである。

[0025]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の課題を解決するために検討した結果、新規なN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル〕ベンズアミド化合物が殺線虫剤、殺ダニ剤、殺菌剤などとして有用な農園芸用の有害生物防除剤として顕著な防除活性を有することを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本発明は次の通りである。第1の発明は、次式(1):

[0026]

(化14)

【0027】で示されるN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル〕ベンズアミド化合物に関するものである。なお、式中の $R'\sim R'$ , A, n, x, y, z 20及び n は、次の通りである。R' は、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数  $1\sim 4$  のアルキル基、炭素原子数  $1\sim 4$  のアルコキシ基、炭素原子数  $1\sim 4$  のハロアルキル基、炭素原子数  $1\sim 4$  のハロアルコキシ基、シアノ基、ニトロ基、又は水酸基を表す。R' は、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数  $1\sim 4$  のアルキル基、又は炭素原子数  $1\sim 4$  のアルコキシ基を表す。

【0028】R<sup>1</sup> は、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数  $1 \sim 4$  のアルキル基、炭素原子数  $1 \sim 4$  のアルコキシ基、炭素原子数  $1 \sim 4$  のハロアルキル基、炭素原子数 30  $1 \sim 4$  のハロアルコキシ基、シアノ基、又は二トロ基を表す。Aは、酸素原子、又は硫黄原子を表す。nは、 $1 \sim 6$  の整数を表す。xは、 $1 \sim 4$  の整数を表す。yは、 $0 \sim 6$  の整数を表す。zは、 $2 \sim 9$  の整数を表す。mは、 $0 \sim 2$  の整数を表す。ただし、 $2 \times + 1 = y + z + m$ である。第2 の発明は、次式(2):

[0029]

【化15】

$$OC_xH_yF_zC\ell_m$$

$$OH_2+CH_2+O+O$$

$$(2)$$

【0030】(式中、n, x, y, z及びmは、前記と同義である。)で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキルアミン化合物と次式(3):

[0031]

【化16】

$$R^3 \xrightarrow{R^1 \atop R^2} L^1$$
 (3)

\* [0032] (式中、R'~R'は、前記と同義である。L'は、ハロゲン原子、又は水酸基を表す。)で示されるカルボン酸化合物とを反応させることを特徴とす10 る前記の式(1)においてAが酸素原子で示されるN-((フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル)ベンズアミド化合物の製法に関するものである。第3の発明は、次式(2):

[0033]

【化17】

$$NH_2 + CH_2 + O \longrightarrow (2)$$

【0034】(式中、n, x, y, z及びmは、前記と同義である。)で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキルアミン化合物に関するものである。第4の発明は、次式(4):

[0035]

【化18】

$$C_xH_yF_zC\ell_m$$

$$L^2+CH_2+DO\longrightarrow$$
(4)

[0036](式中、 $L^1$ は、Nロゲン原子、Xタンスルホニルオキシ基、又はトルエンスルホニルオキシ基を表す。n, x, y, 2及びmは、前記と同義である。)で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル化合物をアミノ化することを特徴とする前記の式(2)で示される(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキルアミン化合物の製法に関するものである。第5の発明は、前記の式(1)で示されるN-[(7)ルオロアルコキシ)フェノキシアルキル」ベンズアミド化合物を有効成分とする農園芸用の有害生物防除剤に関するものである。

[0037]

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。目的化合物である新規なN-〔(フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル〕ベンズアミド化合物〔化合物(1)〕並びにその製造原料〔化合物(2)~化合物(5)〕で表したR'~R',A,x,y,z,m,n,L',L'及び後記式(6)におけるL'は、次の50通りである。

ましくはフッ素原子であり;アルキル部分としては、好 ましくはメチルである。そして、ハロアルコキシ基とし ては、好ましくはCF, Oである。R'の置換位置は特 に限定されないが;好ましくは4位である。

10

[0043] (OC, H, F, Cl.) xtd, 1~4, 好ましくは1~3の整数である。yは、0~6,好まし くは0~4の整数である。zは、2~9, 好ましくは2 ~6の整数である。mは、0~2の整数である。ただ 。 の置換位置は、特に限定されないが; 好ましくは、3 位、4位である。

[A] Aとしては、酸素原子、硫黄原子などを挙げるこ とができる。

[n] nは、 $1\sim6$ , 好ましくは $2\sim5$ の整数, さらに 好ましくは2又は3である。

【0044】 (L'~L') L'としては、ハロゲン原 子、水酸基を挙げることができ;ハロゲン原子として は、好ましくは塩素原子、臭素原子である。L'及びL としては、ハロゲン原子、メタンスルホニルオキシ 基,トルエンスルホニルオキシ基を挙げることができ; ハロゲン原子としては、好ましくは塩素原子、臭素原子 である。化合物(1)としては、前記の各種の置換基を 組み合わせたものを挙げることができるが、薬効の面か ら好ましいものは、次の通りである。

[0045] (a) R'~R'が水素原子であり、OC. H, F, C1. が3-OC, F, 又は4-OC, F, で あり、Aが酸素原子であり、nが2である化合物 (1).

(b) R' がハロゲン原子であり、R' 及びR' が水素原 子であり、OC、H、F、Cl. が3-OC、F、又は 4-OC, F, であり、Aが酸素原子であり、nが2で ある化合物(1)。

(c) R' 及びR' が水素原子であり、R' がハロゲン原 子であり、OC、H、F、C1、が3-OC、F、又は 4-OC, F, であり、Aが酸素原子であり、nが2で ある化合物(1)。

(d) R' 及びR' がハロゲン原子であり、R' が水素原 子であり、OC、H、F、Cl。が3-OC、F、又は 4-OC, F, であり、Aが酸素原子であり、nが2で ある化合物(1)。

【0046】(e) R' 及びR' がハロゲン原子であり、  $R^{1}$  が水素原子であり、OC、H、F、Cl. が3-O C, F, 又は4-OC, F, であり、Aが酸素原子であ り、nが2である化合物(1)。

(f) R'~R'がハロゲン原子であり、OC、H, F, C1. が3-OC, F,又は4-OC, F, であり、A が酸素原子であり、nが2である化合物(1)。

(g)  $R^1$  が炭素原子数 $1\sim 4$ のアルキル基であり、 $R^1$ 及びR<sup>3</sup> が水素原子であり、OC、H, F, Cl. が3

【0038】 (R') R' としては、水素原子, ハロゲ ン原子, 炭素原子数1~4のアルキル基, 炭素原子数1 ~4のアルコキシ基、炭素原子数1~4のハロアルキル 基, 炭素原子数1~4のハロアルコキシ基, シアノ基, ニトロ基,水酸基を挙げることができる。ハロゲン原子 としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子、フッ素原 子などを挙げることができるが;フッ素原子、塩素原 子、臭素原子が好ましい。アルキル基としては、直鎖状 又は分岐状のものを挙げることができるが;メチル基が 好ましい。アルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状の 10 ものを挙げることができるが;メトキシ基が好ましい。 【0039】ハロアルキル基としては、直鎖状又は分岐

状のものを挙げることができ;ハロゲン原子としては塩 素原子、ヨウ素原子、臭素原子、フッ素原子を挙げるこ とができるが、好ましくはフッ素原子であり;アルキル 部分としては、好ましくはメチルである。そして、ハロ アルキル基としては、好ましくはCF、である。ハロア ルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げる ことができ;ハロゲン原子としては塩素原子,ヨウ素原 子, 臭素原子, フッ素原子を挙げることができるが、好 20 ましくはフッ素原子であり;アルキル部分としては、好 ましくはメチルである。そして、ハロアルコキシ基とし ては、好ましくはCHF,O,CF,Oである。

【0040】 [R'] R' としては、水素原子, ハロゲ ン原子、炭素原子数1~4のアルキル基、炭素原子数1 ~4のアルコキシ基を挙げることができる。ハロゲン原 子としては、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子、フッ素 原子を挙げることができるが;フッ素原子が好ましい。 アルキル基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げる ことができるが;メチル基が好ましい。アルコキシ基と 30 しては、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができる が:メトキシ基が好ましい。

【0041】 (R') R' としては、水素原子, ハロゲ ン原子、炭素原子数1~4のアルキル基、炭素原子数1 ~4のアルコキシ基, 炭素原子数1~4のハロアルキル 基, 炭素原子数1~4のハロアルコキシ基, シアノ基, ニトロ基を挙げることができる。ハロゲン原子として は、塩素原子、ヨウ素原子、臭素原子、フッ素原子を挙 げることができる。アルキル基としては、直鎖状又は分 岐状のものを挙げることができる。アルコキシ基として 40 は、直鎖状又は分岐状のものを挙げることができる。

【0042】ハロアルキル基としては、直鎖状又は分岐 状のものを挙げることができ;ハロゲン原子としては塩 素原子、ヨウ素原子、臭素原子、フッ素原子を挙げるこ とができるが、好ましくはフッ素原子であり;アルキル 部分としては、好ましくはメチルである。そして、ハロ アルキル基としては、好ましくはCF、である。ハロア ルコキシ基としては、直鎖状又は分岐状のものを挙げる ことができ;ハロゲン原子としては塩素原子、ヨウ素原 子、臭素原子、フッ素原子を挙げることができるが、好 50 -OC、F、又は4-OC、F、であり、Aが酸素原子 であり、nが2である化合物(1)。

(h) R! が炭素原子数1~4のアルコキシ基であり、R <sup>1</sup> 及びR<sup>1</sup> が水素原子であり、OC、H, F, Cl<sub>e</sub> が 3-OC, F, 又は4-OC, F, であり、Aが酸素原 子であり、nが2である化合物(1)。

【0047】(i) R' が炭素原子数1~4のハロアルキ ル基であり、R'及びR'が水素原子であり、OC.H , F, Cl. が3-OC, F, 又は4-OC, F, であ り、Aが酸素原子であり、nが2である化合物(1)。

- (j) R' 及びR' がハロゲン原子であり、R' が水素原 10 ロアルコキシ) フェノキシアルキル) ベンズアミド化合 子であり、OC, H, F, Cl. が4-OC, H, F. であり、Aが酸素原子であり、nが2である化合物 (1).
- (k) R' 及びR' がハロゲン原子であり、R' が水素原 子であり、OC、H, F, Cl. が4-OC、H, F. Cl. であり、Aが酸素原子であり、nが2である化合 物(1)。
- (1) R' 及びR' がハロゲン原子であり、R' が水素原 子であり、OC, H, F, Cl. が3-OC, F, 又は 4-OC、F. であり、Aが硫黄原子であり、nが2で 20 ある化合物(1)。

【0048】(m) R' が炭素原子数1~4のハロアルコ キシ基であり、R'及びR'が水素原子であり、OC. H, F, C1. が3-OC, F, 又は4-OC, F, で あり、Aが酸素原子であり、nが2である化合物 (1).

- (n) R' がニトロ基であり、R' 及びR' が水素原子で あり、OC, H, F, Cl. が3-OC, F, 又は4-OC、F. であり、Aが酸素原子であり、nが2である 化合物(1)。
- (o) R' 及びR' が炭素原子数1~4のアルキル基であ り、R<sup>1</sup> が水素原子であり、OC, H, F, Cl<sub>a</sub> が3 -OC, F, 又は4-OC, F, であり、Aが酸素原子 であり、nが2である化合物(1)。
- (p) R' 及びR' が炭素原子数1~4のアルコキシ基で あり、R'が水素原子であり、OC、H、F、Cl。が 3-OC, F, 又は4-OC, F, であり、Aが酸素原 子であり、nが2である化合物(1)。
- (q) R' が水酸基であり、R' 及びR' が水素原子であ り、OC, H, F, C1。が3-OC, F, 又は4-O 40 C、F、であり、Aが酸素原子であり、nが2である化 合物(1)。

【0049】(r) R' が水酸基であり、R' が水素原子 であり、R¹ がハロゲン原子であり、OC, H, F, C 1。が3-OC、F、又は4-OC、F、であり、Aが 酸素原子であり、nが2である化合物(1)。

(s) R' 及びR' がハロゲン原子であり、R' が水素原 子であり、OC, H, F, Cl. が3-OC, H, F, Cl. 又は4-OC、F、であり、Aが酸素原子であ り、nが3である化合物(1)。

これらの(a) ~(s) で示した化合物(1) としては、前 記のR'~R', A, x, y, z, m, 及びnの説明箇 所で示した好ましいもの、さらに好ましいものを例示す ることができる。これらの具体的な化合物(1)として は、後述の表3~6中に記載した化合物 {(1-1)~(1-4), (1-8), (1-10),  $(1-13) \sim (1-17)$ , (1-19), (1-30), (1-35), (1-38), (1-40), (1-43), (1-46), (1-52), (1-5)3), (1-55), (1-56) } などを挙げることができる。

【0050】前記の式(1)で示されるN-〔(フルオ 物を製造する好ましい態様としては、第2の発明として 記載した合成法1の他に、次の2種の製法(合成法2及 び3)を挙げることができる。

(合成法2)

次式(5):

[0051]

【化19】

【0052】(式中、R'~R'及びnは、前記と同義 である。) で示されるベンズアミド化合物と次式

(6):

[0053]

【化20】

$$C_xH_yF_zC\ell_m^-L^3$$
 (6)

【0054】(式中、L'は、ハロゲン原子、メタンス ルホニルオキシ基及びトルエンスルホニルオキシ基を表 す。x,y及びzは、前記と同義である。)で示される フルオロアルキル化合物とを、塩基の存在下で反応させ ることを特徴とする前記の式(1)で示されるN-

((フルオロアルコキシ)フェノキシアルキル)ベンズ アミド化合物の製法。

(合成法3)

次式 (la):

[0055]

【化21】

[0056] (式中、R'~R', x, y, z, m及び nは、前記と同義である。) で示される化合物(la) を、硫化剤の存在下で反応させることを特徴とする前記 の式(1)においてAが硫黄原子で示されるN-〔(フ 50 ルオロアルコキシ)フェノキシアルキル)ベンズアミド

化合物 (化合物 (1b) と称する。) の製法。前記の本発明の化合物 (1) の合成法1~3を、さらに詳細に述べる。

[合成法1] 合成法1は、次に示すように、化合物

(2) と化合物 (3) とを、溶媒中又は無溶媒で、塩基\*

\* 又は縮合剤の存在下で反応させて化合物(1a) 〔化合物 (1) におけるAが酸素原子で示される化合物〕を得る 方法である。

[0057]

[化22]

[0058] (式中、 $R'\sim R'$ , x, y, z, m, n 及びL' は、前記と同義である。)

#### (1) L¹ がハロゲン原子の場合

前記の製法は、化合物(2)と化合物(3)とを、溶媒 20 中又は無溶媒で、塩基の存在下で反応させることによっ て行うことができる。溶媒の種類としては、本反応に直 接関与しないものであれば特に限定されず、例えば、ベ ンゼン、トルエン、キシレン、メチルナフタリン、石油 エーテル, リグロイン, ヘキサン, クロルベンゼン, ジ クロルベンゼン、塩化メチレン、クロロホルム、ジクロ ルエタン、トリクロルエチレン、シクロヘキサンのよう な塩素化された又はされていない芳香族、脂肪族、脂環 式の炭化水素類;ジエチルエーテル,テトラヒドロフラ ン、ジオキサンなどのようなエーテル類;アセトン、メ 30 チルエチルケトンなどのようなケトン類;アセトニトリ ル、プロピオニトリルなどのようなニトリル類;トリエ チルアミン、ピリジン、N、N-ジメチルアニリンなど のような有機塩基; N, N-ジメチルホルムアミド, N, N-ジメチルアセトアミド, ジメチルスルホキシ ド、ジメチルイミダゾリノンなどの極性溶媒;水;前記 溶媒の混合物などを挙げることができる。これらの溶媒 の内でも、好ましいものは炭化水素類及びエーテル類で ある。

[0059] 溶媒の使用量は、化合物 (2) が  $5\sim80$  重量%になるようにして使用することができるが;  $10\sim70$  重量%が好ましい。原料のモル比は任意に設定できるが、通常、化合物 (2) 1モルに対して化合物

(3) は0.5~2モルの割合である。塩基の種類としては、特に限定されず、例えば、トリエチルアミン,ピリジン,N,Nージメチルアニリン,1,8ージアザビシクロ[5.4.0]-7ーウンデセン(DBU)などの有機塩基;水素化ナトリウム,ナトリウムアミド,水酸化ナトリウム,水酸化カリウム、炭酸ナトリウム,炭酸水素ナトリウム,炭酸カリウムなどの無機塩基を挙げ※50

※ることができる。

【0060】塩基の使用量は、化合物(2)に対して1~10倍モルであるが;1~5倍モルが好ましい。反応温度は、特に限定されないが、氷冷温度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であり;好ましくは0~30℃である。反応時間は、前記の濃度,温度によって変化するが;通常0.1~2時間である。原料化合物(2)は、次に示すように、化合物(4)とフタルイミドカリウムとを溶媒中で反応させ(第1工程)、次いでヒドラジンを反応させること(第2工程)によって得ることができる。

[0061] [化23]

$$C_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}$$

$$\downarrow^{2}+CH_{2}+O$$

[0062] (式中、L<sup>1</sup>, n, x, y, z及びmは、 前記と同義である。)

### ・第1工程

第1工程で使用する溶媒の種類としては、本反応に直接 関与しないものであれば特に限定されず、例えば、前記 (1) に記載した炭化水素類,エーテル類,ケトン類,ニ トリル類,極性溶媒,前記溶媒の混合物などを挙げるこ とができる。フタルイミドカリウムの使用量は、化合物 (4) に対して1~10倍モルであるが;好ましくは1

(9)

~5倍モルである。反応温度は、特に限定されないが、 水冷温度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であ り;好ましくは $40\sim120$ である。反応時間は、前 記の濃度、温度によって変化するが;通常 $0.5\sim10$ 時間である。

#### 【0063】 · 第2工程

ヒドラジンとの反応は、前記の第1工程で得られたフタルイミド化合物を、単離して又は単離せずにそのまま行うことができる。第2工程で使用する溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであれば特に限定されば、例えば、前記(1)に記載した炭化水素類、エーテル類、極性溶媒、メタノール、エタノール、プロパノール、プタノールなどのアルコール類、水、前記溶媒の混合物などを挙げることができる。ヒドラジンの使用量は、化合物(4)に対して1~10倍モルであるが;好ましくは1~5倍モルである。反応温度は、特に限定されないが、氷冷温度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であり;好ましくは40~120℃である。反応時間は、前記の濃度、温度によって変化するが;通常0.5~10時間である。

[0064]以上のようにして製造された化合物(2)は、反応終了後、抽出、濃縮、濾過などの通常の後処理を行い、必要に応じて再結晶、各種クロマトグラフィーなどの公知の手段で適宜精製することができる。化合物(4)は、次に示すように行うことによって得ることができる。

[0065] [化24]

【006.6】(式中、n, x, y, z, m及びL'は、前記と同義である。)

また、化合物(4)は、次に示すように行うことによっても得ることができる。

[0067]

【化25】

\* [0068] (式中、n, x, y, z, m及びL<sup>2</sup> は、 前記と同義である。)

化合物(3)は、市販品を使用することができる。

(2) L' が水酸基の場合

前記の製法は、化合物(2)と化合物(3)とを、溶媒中又は無溶媒で、縮合剤の存在下で反応させることによって行うことができる。溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであれば特に限定されず、例えば、20 前記の(1)に記載したのと同じ炭化水素類、エーテル類、ケトン類、ニトリル類、極性溶媒、それらの混合物を使用することができる。溶媒の使用量は、化合物(2)が5~80重量%になるようにして使用することができるが;10~70重量%が好ましい。

【0069】原料のモル比は任意に設定できるが、通常、化合物(2)1モルに対して化合物(3)は0.5~2モルの割合である。脱水縮合剤の種類は特に限定されず、例えば、ジシクロヘキシルカルボジイミド(DCC)、ジエチルアゾジカルボキシレート、ジイソプロピルルアゾジカルボキシレート、リンカルボジイミド塩酸塩(WSC)、1、1、一カルボニルジイミダゾール、硫酸、5塩化リンなどを挙げることができる。脱水縮合剤の使用量は、化合物(2)に対して1~10倍モルであるが;好ましくは1~5倍モルである。反応温度は、特に限定されないが、氷冷温度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であり;好ましくは0~50℃である。反応時間は、前記の濃度、温度によって変化するが;通常0.5~8時間である。

【0070】以上のようにして製造された化合物(la)は、反応終了後、抽出、濃縮、濾過などの通常の後処理を行い、必要に応じて再結晶、各種クロマトグラフィーなどの公知の手段で適宜精製することができる。

[合成法2] 合成法2は、次に示すように、化合物 (5) と化合物 (6) とを、溶媒中、塩基存在下で反応 させて化合物(1a) [化合物(1) におけるAが酸素原子で示される化合物] を得る方法である。

[0071]

【化26】

40

$$\mathbb{R}^3$$
  $\mathbb{R}^1$   $\mathbb{O}$   $\mathbb{R}^2$   $\mathbb{R}^2$   $\mathbb{R}^3$   $\mathbb{R}^1$   $\mathbb{R}^3$   $\mathbb{R}^4$   $\mathbb{R}^3$   $\mathbb{R}^4$   $\mathbb{R}^3$   $\mathbb{R}^4$   $\mathbb{$ 

$$\begin{array}{c|c}
R^3 & R^1 & O \\
& O \\
& NH + CH_2 \xrightarrow{}_{n} O
\end{array}$$
(1a)

[0072] (式中、R'~R', n, x, y, z, m 及びし'は、前記と同義である。)

溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであ れば特に限定されず、例えば、合成法1に記載の炭化水 素類、エーテル類、極性溶媒、水及びこれらの混合物を 挙げることができる。

[0073] 溶媒の使用量は、化合物(5)が5~80 重量%になるようにして使用することができるが;10 20 ~70重量%が好ましい。塩基の種類としては、特に限 定されず、例えば、前記(1) に記載した有機塩基,無機 塩基を挙げることができるが:好ましくは水酸化ナトリ ウム、水酸化カリウムである。塩基の使用量は、化合物 (5) に対して1~10倍モルであるが;2~5倍モル が好ましい。反応温度は、特に限定されないが、氷冷温 度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であり;好 ましくは0~100℃である。反応時間は、前記の濃 度, 温度によって変化するが; 通常 0. 5~3時間であ

【0074】また、有機溶媒と水との2層系で反応させ る場合には、相間移動触媒を用いて反応を促進させるこ とができる。相間移動触媒としては、特に限定されず、 例えば、臭化テトラブチルアンモニウム、塩化ベンジル トリエチルアンモニウム、塩化トリカプリリルメチルア ンモニウムなどを挙げることができる。相間移動触媒の 使用量は、化合物 (5) に対して 0. 01~5倍モルで あるが:好ましくは0.05~0.5倍モルである。以 上のようにして製造された化合物(la)は、反応終了 後、抽出、濃縮、濾過などの通常の後処理を行い、必要 40 に応じて再結晶、各種クロマトグラフィーなどの公知の 手段で適宜精製することができる。化合物(5)は、次 に示すように行うことによって得ることができる。

[0075]

【化27】

$$\begin{array}{c|c}
R^3 & R^1 \\
\hline
O & NH + CH_2 \rightarrow O \\
\hline
R^2 & \\
H_2 \cdot Pd - C
\end{array}$$

18

\*【0076】(式中、R'~R'及びnは、前記と同義 である。)

化合物(6)は、市販品を使用することができるが、次 に示すように行うことによっても得ることができる。

[0077]

【化28】

$$C_xH_yF_zC\ell_m-L^3$$
 (6)

[0078] (式中、x, y, z, m及びL'は、前記 と同義である。)

[合成法3] 合成法3は、次に示すように、化合物(1 a) を、溶媒中、硫化剤存在下で反応させて化合物(1b) 〔化合物(1)におけるAが硫黄原子で示される化合 物〕を得る方法である。

[0079]

【化29】

30

$$R^3$$
  $R^1$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$   $OC_xH_yF_zC\ell_m$ 

【0080】(式中、R'~R, n, x, y, z及び mは、前記と同義である。)

溶媒の種類としては、本反応に直接関与しないものであ れば特に限定されず、例えば、合成法1に記載の炭化水 素類、エーテル類及びこれらの混合物を挙げることがで きる。溶媒の使用量は、化合物(la)が5~80重量% 50 になるようにして使用することができるが;10~70

重量%が好ましい。硫化剤の種類としては、特に限定さ れず、例えば、五硫化リン、2、4-ビス(4-メトキ シフェニル) -1, 3-ジチア-2, 4-ジホスフェタン-2, 4-ジスルフィド(ローソン試薬), 硫化水素 などを挙げることができる。硫化剤の使用量は、化合物 (la) に対して1~10倍モルであるが;好ましくは1 ~5倍モルである。

【0081】反応温度は、特に限定されないが、氷冷温 度から使用する溶媒の沸点以下の温度範囲内であり;好 ましくは40~120℃である。反応時間は、前記の濃 10 度, 温度によって変化するが; 通常0.5~10時間で ある。以上のようにして製造された化合物(1b)は、反 応終了後、抽出、濃縮、濾過などの通常の後処理を行 い、必要に応じて再結晶,各種クロマトグラフィーなど の公知の手段で適宜精製することができる。

【0082】本発明の化合物(1)で防除効果が認めら れる農園芸における有害生物としては、農園芸害虫〔例 えば、半翅目(ウンカ類、ヨコバイ類、アプラムシ類、 コナジラミ類など)、鱗翅目(ヨトウムシ類、コナガ、 ハマキムシ類,メイガ類,シンクイムシ類,モンシロチ 20 ョウなど)、鞘翅目(ゴミムシダマシ類、ゾウムシ類、 ハムシ類、コガネムシ類など)、ダニ目(ハダニ科のミ カンハダニ、ナミハダニなど、フシダニ科のミカンサビ ダニなど)〕、衛生害虫(例えば、ハエ,カ,ゴキブリ など)、貯穀害虫(コクヌストモドキ類、マメゾウムシ 類など)、線虫(ネコプセンチュウ、シストセンチュ ウ、ネグサレセンチュウ、シンガレセンチュウ、マツノ ザイセンチュウなど)、ネダニなどを挙げることがで き、また、農園芸病原菌(例えば、コムギ赤さび病、大 麦うどんこ病、キュウリベと病、イネいもち病、トマト 30 疫病など)を挙げることができる。

【0083】本発明の農園芸用の有害生物防除剤は、特 に、殺線虫・殺ダニ・殺菌効果が顕著であり、化合物 (1) の1種以上を有効成分として含有するものであ る。化合物(1)は、単独で使用することもできるが、 通常は常法によって、担体、界面活性剤、分散剤、補助 剤などを配合(例えば、粉剤、乳剤、微粒剤、粒剤、水 和剤、油性の懸濁液、エアゾールなどの組成物として調 製する) して使用することが好ましい。

【0084】担体としては、例えば、タルク、ベントナ 40 イト、クレー、カオリン、ケイソウ土、ホワイトカーボ ン、バーミキュライト、消石灰、ケイ砂、硫安、尿素な どの固体担体;炭化水素(ケロシン,鉱油など)、芳香 族炭化水素(ベンゼン、トルエン、キシレンなど)、塩 素化炭化水素(クロロホルム,四塩化炭素など)、エー テル類(ジオキサン、テトラヒドロフランなど)、ケト ン類(アセトン、シクロヘキサノン、イソホロンな ど)、エステル類(酢酸エチル,エチレングリコールア セテート、マレイン酸ジプチルなど)、アルコール類 (メタノール, n-ヘキサノール, エチレングリコール 50 2.18~2.47(2H, br)、3.11(2H,

など)、極性溶媒(ジメチルホルムアミド、ジメチルス ルホキシドなど)、水などの液体担体;空気,窒素,炭 酸ガス、フレオンなどの気体担体(この場合には、混合 噴射することができる) などを挙げることができる。

20

【0085】本剤の動植物への付着,吸収の向上,薬剤 の分散、乳化、展着などの性能を向上させるために使用 できる界面活性剤や分散剤としては、例えば、アルコー ル硫酸エステル類、アルキルスルホン酸塩、リグニンス ルホン酸塩、ポリオキシエチレングリコールエーテルな どを挙げることができる。そして、その製剤の性状を改 善するためには、例えば、カルボキシメチルセルロー ス、ポリエチレングリコール、アラビアゴムなどを補助 剤として用いることができる。

【0086】本剤の製造では、前記の担体、界面活性 剤,分散剤及び補助剤をそれぞれの目的に応じて、各々 単独で又は適当に組み合わせて使用することができる。 本発明の化合物(1)を製剤化した場合の有効成分濃度 は、乳剤では通常1~50重量%,粉剤では通常0.3 ~25重量%,水和剤では通常1~90重量%,粒剤で は通常0.5~5重量%,油剤では通常0.5~5重量 %, エアゾールでは通常 0.1~5 重量% である。これ らの製剤を適当な濃度に希釈して、それぞれの目的に応 じて、植物茎葉、土壌、水田の水面に散布するか、又は 直接施用することによって各種の用途に供することがで きる。

[0087]

【実施例】以下、本発明を実施例によって具体的に説明 する。なお、これらの実施例は、本発明の範囲を限定す るものではない。

(1) 2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチ

実施例1〔化合物(2)の合成〕

ルアミン〔化合物(2-2)〕の合成 メタンスルホン酸2-(4-トリフルオロメトキシフェ ノキシ) エチルエステル(3.00g)をN,N-ジメ チルホルムアミド (20ml) に溶解し、フタルイミド カリウム (2. 04g) を加え、100℃で3時間攪拌 した。反応終了後、水(100ml)を加えて攪拌し、 生じた沈殿を濾過によって取り出した。得られた沈殿物 をエタノール (30ml) に加えて加熱溶解した後、抱 水ヒドラジン(0.55g)を加えて3時間加熱還流し た。反応終了後、減圧下にエタノールを留去し、続いて 5N水酸化ナトリウム水溶液(50ml)を加えて沈殿 を溶解し、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次い で、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウム で乾燥して減圧下に溶媒を留去し、シリカゲルクロマト (ワコーゲルC-200、酢酸エチル溶出に続けて、エ

[0.088] 'H-NMR (CDCl<sub>3</sub>,  $\delta$ ppm)

物である目的化合物を1.54g得た。

タノールで溶出)で精製することによって、淡黄色油状

20

t, J = 5.1 Hz), 3.  $91 \sim 4.09$  (2 H, m), 6.88~7.25 (4H, m)

【0089】(2) 2- (4-(2, 2, 2-トリフルオ ロエトキシ) フェノキシ] エチルアミン (化合物(2-3) 〕の合成

2- [4-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ) フェ ノキシ] エチルプロミド (4.50g) をN, N-ジメチルホルムアミド (30m1) に溶解し、フタルイミド カリウム (3.05g) を加え、100℃で3時間攪拌 した。反応終了後、水(120ml)を加えて攪拌し、 生じた沈殿を濾過によって取り出した。得られた沈殿物 をエタノール (50m1) に加えて加熱溶解した後、抱 水ヒドラジン(0.55g)を加えて3時間加熱還流し た。反応終了後、5 N塩酸 (50 m1) を加えて攪拌 し、熱時濾過した。得られた濾液をトルエンで洗浄し、 続いて水層を5N水酸化ナトリウム水溶液で塩基性と し、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次いで、有機 層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥 し、減圧下に溶媒を留去することによって、淡黄色油状 物である目的化合物を2.57g得た。

 $[0090]'H-NMR (CDCl<sub>1</sub>, \delta ppm)$ 1.  $39 \sim 1$ . 54 (2H, br), 2.  $95 \sim 3$ . 1 3 (2H, m),  $3.87 \sim 4.37 (4H, m)$ , 6.  $74 \sim 6$ . 97 (4H, m)

【0091】(3) 2- (4-(1, 1, 2, 2-テトラ フルオロエトキシ)フェノキシ〕エチルアミン〔化合物 (2-5) 〕の合成

メタンスルホン酸2-〔4-(1, 1, 2, 2-テトラ フルオロエトキシ)フェノキシ)エチルエステル(1. 61g) をN, N-ジメチルホルムアミド(10ml) に溶解し、フタルイミドカリウム (1.02g) を加 え、100℃で3時間攪拌した。反応終了後、水(50 m1) を加えて析出した結晶を濾集し、粉砕後水洗し た。次いで、これをエタノール(20m1)で加熱溶解 した後、抱水ヒドラジン(0.28g)を加えて3時間 攪拌した。反応終了後、減圧下にエタノールを留去し、 次いで5N水酸化ナトリウム (30ml) を加えて析出 物を溶解し、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次い で、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウム で乾燥し、減圧下に酢酸エチルを留去した。得られた油 40 状物をシリカゲルクロマト(ワコーゲルC-200、酢 酸エチル~エタノール溶出)で精製することによって、 淡黄色油状液晶である目的化合物を0.89g得た。

[0092]  $^{\dagger}H-NMR$  (CDC1,  $\delta$ ppm) 1.  $82\sim2$ . 19 (2H, br), 3.  $01\sim3$ . 2 0 (2H, br), 3. 98 (2H, t), 5. 89 (1H, m), 6.  $86 \sim 7$ . 18 (4H, m)[0093] (4)  $2-[4-(2-9\Box\Box-1, 1, 2$ ートリフルオロエトキシ)フェノキシ〕エチルアミン 〔化合物(2-6)〕 の合成

2 - (4 - (2 - 0 - 1), 1, 2 - 0 - 0 - 1)トキシ) フェノキシ) エチルプロミド(5.00g) を N, N-ジメチルホルムアミド(30ml)に溶解し、 フタルイミドカリウム (3.05g) を加え、100℃ で3時間攪拌した。反応終了後、水(120ml)を加 えて攪拌し、生じた沈殿を濾過によって取り出した。得 られた沈殿物をエタノール(50ml)に加えて加熱溶 解した後、抱水ヒドラジン(0.83g)を加えて3時 間加熱還流した。反応終了後、5N塩酸(70ml)を 加えて攪拌し、熱時濾過した。得られた濾液をトルエン で洗浄し、続いて水層を5N水酸化ナトリウム水溶液で 塩基性とし、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次い で、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウム で乾燥し、減圧下に溶媒を留去することによって、淡黄

22

[0094]  $^{\dagger}H-NMR$  (CDC1,  $\delta$ ppm) 1.  $18 \sim 1$ . 75 (2H, br), 2.  $95 \sim 3$ . 1 4 (2H, m), 3.49 (2H, t, J=4.9H)z), 6.  $14\sim6$ . 35 (1H, m), 6.  $74\sim$ 7. 26 (4H, m)

色油状物である目的化合物を2.73g得た。

【0095】(5) 2-(3-トリフルオロメトキシフェ ノキシ) エチルアミン〔化合物(2-9)〕 の合成 メタンスルホン酸2-(3-トリフルオロメトキシフェ ノキシ) エチルエステル (3.00g) をN, Nージメ チルホルムアミド(20m1)に溶解し、フタルイミド カリウム (2.04g) を加え、100℃で3時間攪拌 した。反応終了後、水(100m1)を加えて攪拌し、 生じた沈殿を濾過によって取り出した。得られた沈殿物 をエタノール (30ml) に加えて加熱溶解した後、抱 30 水ヒドラジン (0.55g) を加えて3時間加熱還流し た。反応終了後、5 N塩酸(50m1)を加えて攪拌 し、熱時濾過した。得られた濾液をトルエンで洗浄し、 続いて水層を5N水酸化ナトリウム水溶液で塩基性と し、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次いで、有機 層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥 し、減圧下に溶媒を留去することによって、淡黄色油状 物である目的化合物を1.76g得た。

 $[0096]'H-NMR (CDCl, \deltappm)$ 1.  $61\sim1$ . 92 (2H, br), 3. 09 (2H, t, J=5.1Hz), 3.99(2H, t, J=5.1 Hz), 6.  $6.7 \sim 7.35 (4 \text{ H, m})$ 【0097】(6) 3-(4-トリフルオロメトキシフェ ノキシ)プロピルアミン〔化合物(2-10)〕の合成 メタンスルホン酸3-(4-トリフルオロメトキシフェ ノキシ)プロピルエステル(3.14g)をN, N-ジ メチルホルムアミド (20m1) に溶解し、フタルイミ ドカリウム (2.04g) を加え、100℃で3時間攪 拌した。反応終了後、水(100ml)を加えて攪拌 し、生じた沈殿を濾過によって取り出した。得られた沈

50 殿物をエタノール(30ml)に加えて加熱溶解した

後、抱水ヒドラジン(0.55g)を加えて2時間加熱 環流した。反応終了後、5N塩酸(50ml)を加えて 攪拌し、熱時濾過した。得られた濾液をトルエンで洗浄 し、続いて水層を5N水酸化ナトリウム水溶液で塩基性 とし、酢酸エチルで目的化合物を抽出した。次いで、有 機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥 し、減圧下に溶媒を留去することによって、淡黄色油状 物である目的化合物を1.68g得た。

[0.098] 'H-NMR (CDC1,  $\delta$ ppm)

\* (2H, br), (2H, t, J=6.6H)z), 4.04 (2H, t, J = 5.9Hz), 6.7  $7 \sim 7$ . 24 (4H, m)

【0099】(7) 表2中のその他の化合物(2)の合成 前記(1) ~(6) のいずれかの方法に準じて、表2中のそ の他の化合物(2)を合成した。

以上のようにした合成した化合物及びその物性を表2に 示す。

[0100]

【表2】

1.  $81\sim2$ . 06 (2H, m), 2.  $22\sim2$ . 51\*10 $OC_xH_yF_zC\ell_m$ NH2+CH2+nO-

(2)

化合物	OC <sub>x</sub> H <sub>y</sub> F <sub>z</sub> Cℓ <sub>m</sub>	n	物	性
2-1	4-OCHF <sub>2</sub>	2		
2-2	4-OCF <sub>3</sub>	2	n 20.0	1. 4654
2-3	4-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	2	n 20.0	1. 4768
2-4	4-OCF <sub>2</sub> CFH <sub>2</sub>	2		
2-5	4-OCF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> H	2	n 20.0	1. 4688
2-6	4-OCF2CFCℓH	2	n 20.0	1. 4834
2-7	4-OCF <sub>2</sub> CHFCF <sub>8</sub>	2		
2-8	2-OCF <sub>3</sub>	2		
2-9	3-OCF <sub>3</sub>	2	n 20.0	1. 4635
2-10	4-0CF <sub>3</sub>	3	n 20.0	1. 4676
2-11	4-OCF <sub>3</sub>	5		

【0101】実施例2〔化合物(1)の合成〕 実施例1で得た化合物(2)を用いて、目的化合物 (1)を合成した。

- (1) N- (2- (4-トリフルオロメトキシフェノキ シ) エチル] -2-フルオロベンズアミド (化合物(1-2) ] の合成
- 2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ)エチルア ミン (1. 10g) と2-フルオロ安息香酸 (0. 70 g) とのジクロロメタン (20ml) の溶液にWSC
- [1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カ ルボジイミド塩酸塩〕(1.10g)を加え、室温で3 時間攪拌した。反応終了後、反応混合物に水(10m)
- 1) を加えて抽出し、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無 40 水硫酸ナトリウムで乾燥した後に溶媒を減圧下で留去し た。得られた残渣をシリカゲルクロマト(ワコーゲルC -200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製 することによって、無色結晶の目的化合物を1.21g 得た。

[0102] 'H-NMR (CDCl<sub>1</sub>,  $\delta$ ppm) 3.  $87 \sim 4$ . 22 (4H, m), 6.  $85 \sim 7$ . 52 (8H, m), 8. 06~8. 14 (1H, m) 【0 1 0 3】(2) N- [2-(4-トリフルオロメトキ

シフェノキシ) エチル) -2-クロロベンズアミド〔化 50 合物(1-3)]の合成

2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチルアミン (1.10g) とトリエチルアミン (0.51g) とのテトラヒドロフラン (20m1) の溶液に、2-クロロベンゾイルクロリド (0.88g) のテトラヒドロフラン (5m1) の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (ワコーゲルC-20) トルエン:酢酸エチル=9:1 溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.53g 得た。

【0104】'H-NMR (CDCl<sub>1</sub>, δppm) 3.78~4.22 (4H, m)、6.52~6.80 (1H, br)、6.80~7.87 (8H, m) 【0105】(3) N-【2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ)エチル】-2,6-ジフルオロベンズアミド (化合物(1-10)) の合成

2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチルアミン(1.10g) とトリエチルアミン(0.51g) とのテトラヒドロフラン(20m1)の溶液に、2,6 20-ジフルオロベンゾイルクロリド(0.88g)のテトラヒドロフラン(5m1)の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト(ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.48g得た。

【0106】'H-NMR (CDCl,, δppm) 3.78~4.22 (4H, m)、6.28~6.53 30 (1H, br)、6.78~7.47 (7H, m) 【0107】(4) N-【2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチル) -2,4,6-トリフルオロベンズアミド (化合物(1-14)) の合成

2- (4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチルア ミン (1.10g) と2,4,6-トリフルオロ安息香酸 (0.87g) とのジクロロメタン (20ml)の溶液にWSC (1.15g)を加え、室温で3時間攪拌した。反応終了後、反応混合物に水 (10ml)を加えて抽出し、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリ 40ウムで乾燥した後に溶媒を減圧下で留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.27g得た。

【0108】 'H-NMR (CDC1, , δppm) 3.77~4.23 (4H, m)、6.26~6.48 (1H, br)、6.61~7.26 (6H, m) 【0109】 (5) N-〔2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ)エチル)-2-メチルベンズアミド〔化合物(1-15)〕の合成

2- (4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチルアミン (1.10g) とトリエチルアミン (0.51g) とのテトラヒドロフラン (20ml) の溶液に、2-メチルベンゾイルクロリド (0.77g) のテトラヒドロフラン (5ml) の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (ワコーゲルC-20、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.31g得

[0110]'H-NMR (CDCl,,  $\delta$ ppm) 2. 44 (3H, s), 3. 75~4. 20 (4H, m), 6. 14~6. 32 (1H, br), 6. 80~7. 41 (8H, m)

【0 1 1 1】(6) N- 〔2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) エチル〕-2-トリフルオロメチルベンズアミド〔化合物(1-17)〕の合成

2-(4-h)フルオロメトキシフェノキシ)エチルアミン(1.10g)とトリエチルアミン(0.51g)とのテトラヒドロフラン(20m1)の溶液に、2-hリフルオロメチルベンゾイルクロリド(1.04g)のテトラヒドロフラン(5m1)の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト(ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.67g得た。

[0112] H-NMR (CDCl,, δppm)
3.79~4.18 (4H, m)、6.15~6.31 (1H, br)、6.80~7.76 (8H, m)
[0113] (7) N-[2-(4-ジフルオロメトキシフェノキシ) エチル] -2,6-ジフルオロベンズアミド (化合物(1-35)) の合成

N- [2-(4-ヒドロキシフェノキシ) エチル] - 2, 6-ジフルオロベンズアミド (1.16g), 水酸 化カリウム (1.10g) とテトラブチルアンモニウム プロミド (0.10g) とを、ジクロロメタン (30m) と水 (10m1) との混合溶液に加え、室温攪拌下でクロロジフルオロメタン (3.50g) をゆっくり吹き込み、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、反応混合物にジクロロメタンを加えて抽出し、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した後に溶媒を減圧下で留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を0.87g得た。

[0114]'H-NMR (CDC1,  $\delta$  ppm) 3. 78~4. 20 (4H, m), 6. 42 (1H, t, J = 74.2), 6.  $28 \sim 6.51$  (1H, br), 6.  $71 \sim 7.44$  (7H, m)

【0115】(8) N-{2-[4-(2-クロロ-1, 1, 2-トリフルオロエトキシ) フェノキシ] エチル} -2, 6-ジフルオロベンズアミド (化合物(I-38)) の 合成

2- (4- (2-クロロ-1, 1, 2-トリフルオロエトキシ) フェノキシ] エチルアミン (1.08g) とトリエチルアミン (0.40g) とのテトラヒドロフラン (20m1) の溶液に、2,6-ジフルオロベンゾイル 10クロリド (0.71g) のテトラヒドロフラン (5m1) の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出) で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.76g得た。

[0116] 'H-NMR (CDCl,,  $\delta$  ppm) 3. 77~4. 21 (4H, m) . 6. 14~6. 35 (1H, m) . 6. 53~6. 73 (1H, br) . 6. 73~7. 44 (7H, m)

【0117】(9) N-{2-[4-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)フェノキシ]エチル}-2, 6-ジフルオロベンズアミド [化合物(1-40)]の合成2-[4-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)フェノキシ]エチルアミン(0.94g)とトリエチルアミン(0.40g)とのテトラヒドロフラン(20ml)の溶液に、2, 6-ジフルオロベンゾイルクロリド

(0.70g)のテトラヒドロフラン(5ml)の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト(ワコーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶出)で精製することによって、無色結晶の目的化合物を1.18g得た。

【0118】 'H-NMR (CDC1, , δppm) 3.80~4.40 (6H, m) 6.28~6.53 (1H, br)、6.72~7.44 (7H, m) 【0119】(10)N-【3-(4-トリフルオロメトキ\*

アミド [化合物(1-43)] の合成
3-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ) プロピルアミン(1.18g) とトリエチルアミン(0.50g) とのテトラヒドロフラン(20ml)の溶液に、2,6-ジフルオロベンゾイルクロリド(0.88g)のテトラヒドロフラン(5ml)の溶液を氷冷攪拌下で滴下し、さらに室温で1時間攪拌した。反応終了後、生じたトリエチルアミン塩酸塩を濾別し、減圧下でその溶

28

\*シフェノキシ)プロピル]-2,6-ジフルオロベンズ

出) で精製することによって、無色結晶の目的化合物を
1.38g得た。
【0120】'H-NMR (CDCl,, δppm)
2.03~2.21 (2H, m)、3.57~4.17 (4H, m)、6.19~6.38 (1H, br)、

媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト(ワ

コーゲルC-200、トルエン:酢酸エチル=9:1溶

【0121】(II)N-〔2-(4-トリフルオロメトキシフェノキシ)エチル)-2,6-ジフルオロベンズチ20 オアミド〔化合物(1-46)〕の合成

6.  $74 \sim 7$ . 43 (7H, m)

N-[2-(4-h)]フルオロメトキシフェノキシ)エチル] -2, 6-ジフルオロベンズアミド (1.44g) のトルエン (20m1) の溶液に、ローソン試薬 (1.94g) を加え、3時間加熱還流した。反応終了後、減圧下で溶媒を留去した。得られた残渣をシリカゲルクロマト (7)1 で精製することによって、淡黄色結晶の目的化合物を1.56g得た。

【0122】 'H-NMR (CDCl,, δppm) 4.20~4.37 (4H, m)、6.79~7.38 (7H, m)、7.71~7.89 (1H, br) 【0123】(12)表3~6中のその他の化合物(1)の 合成

前記(1)  $\sim$ (11)に記載の方法に準じて、表  $3\sim6$ 中のその他の化合物(1)を合成した。

以上のようにした合成した化合物及びその物性を表3~6に示す。

[0124]

【表3】

 $R^{3} = \underbrace{R^{1} \underset{R^{2}}{A}}_{NH + CH_{2} \rightarrow_{n}} O - \underbrace{OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}} \quad (1)$ 

化合物	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	OC <sub>x</sub> H <sub>y</sub> F <sub>z</sub> Cℓ <sub>m</sub>	Α	n	物性
1-1	Н	Н	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 93~95℃
1-2	F	Н	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 57~ 58℃
1-3	Cℓ	Н	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 68~ 70℃
1-4	Br	H	Н	4-0CF <sub>3</sub>	. 0	2	融点 82~ 84℃
1-5	H	Н	3-F	4-0CF <sub>3</sub>	0	2	
1-6	Н	Н	3-C L	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	
1-7	H	Н	4-F	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	
1-8	Н	Н	4-C2	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 108~ 110℃
1-9	Н	Н	4-Br	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	
1-10	F	F	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 79~81℃
1-11	F	CŁ	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 104~105 °C
1-12	Cl	CL	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 133~134 °C
1-13	F	H	4-F	4-OCF <sub>3</sub>	. 0	2	融点 66~67°C
1-14	F	F	4 – F	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 113~114 ℃
1-15	CH <sub>3</sub>	Н	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 56~58℃
1-16	CH <sub>3</sub> O	H	H	4-OCF 8	0	2	n 20 1.5260

[0125]

$$\begin{array}{c|c}
R^{3} & & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
& & \\
&$$

化合物	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	OC <sub>x</sub> H <sub>y</sub> F <sub>z</sub> Cℓ <sub>m</sub>	Α	n	物	性
1-17	CF <sub>3</sub>	Н	Н	4-OCF 3	0	2	融点	72~ 74 °C
1-18	CHF <sub>2</sub> O	H	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-19	CF <sub>3</sub> O	Н	H	4-OCF 3	0	2	融点	69∼ 70 °C
1-20	CF3	H	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 1	.08~110 ℃
1-21	H	H	3-CH3	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-22	H	Н	3-CH3O	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-23	H	H	3-CF3	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-24	Н	H	3-CF3O	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-25	Н	H	4-CH3	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-26	Н	H	4-CH3O	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-27	Н	Н	4-CF3	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点	101~104 °C
1-28	Н	H	4-CF 3O	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点	74∼ 76 °C
1-29	CN	Н	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点	95∼98°C
1-30	NO <sub>2</sub>	H	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点	89~100 °C
1-31	Н	H	3-CN	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点	76~ 77 °C
1-32	Н	Н	3-NO2	4-0CF <sub>3</sub>	0	2		

【表5】

[0126]

$$R^{3} \underbrace{\bigcirc_{R^{2}}^{R^{1}} \stackrel{A}{\longrightarrow}_{NH + CH_{2} \rightarrow_{n}} \circ - \bigcirc_{C_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}}^{OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}}} \quad \langle 1 \rangle$$

化合物	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R³	OC <sub>x</sub> H <sub>y</sub> F <sub>z</sub> C2 <sub>m</sub>	Α	n	物	性
1-33	Н	H	4-CN	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-34	H	Н	4-NO2	4-0CF <sub>3</sub>	0	2	融点	123~ 125°C
1-35	F	F	H	4-OCHF <sub>2</sub>	0	2	融点	86~ 89°C
1-36	F	F	H	4-OCF <sub>2</sub> CFH <sub>2</sub>	0	2		
1-37	F	F	Н	4-OCF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> H	0	2	融点	98~ 100°C
1-38	F	F	Н	4-OCF2CFCLH	0	2	融点	82~ 84°C
1-39	F	F	Н	4-OCF <sub>2</sub> CFHCF <sub>3</sub>	0	2		
1-40	F	F	Н	4-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	0	2	融点	122~ 124°C
1-41	F	F	Н	2-OCF 3	0	2		
1-42	F	F	Н	3-OCF <sub>3</sub>	.0	2	融点	65~ 67 °C
1-43	F	F	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	3	融点	108~109 °C
1-44	F	F	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	5		
1-45	F	F	Н	4-OCHF <sub>2</sub>	S	2		
1-46	F	F	Н	4-OCF <sub>3</sub>	S	2	京廟	64~ 65 °C
1-47	F	F	Н	4-OCF <sub>2</sub> CFH <sub>2</sub>	S	2	Ţ	
1-48	F	F	Н	4-OCF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> H	S	2		

[0127]

$$R^{3} = \underbrace{R^{1} \underset{n}{A}}_{NH + CH_{2} \rightarrow_{n} O} = \underbrace{OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}}_{OC_{x}H_{y}F_{z}C\ell_{m}}$$

【表 6】

化合物	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R³	OC <sub>x</sub> H <sub>y</sub> F <sub>z</sub> Cℓ <sub>m</sub>	Α	n	物	性
1-49	F	F	Н	4-OCF2CFCLH	S	2	1	
1-50	F	F	Н	4-OCF2CFHCF3	s	2		
1-51	F	F	Н	4-OCH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	S	2		
1-52	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	Н	4-OCF 3	0	2	融点 122	~ 123°C
1-53	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> O	Н	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 112	~ 113°C
1-54	CH <sub>3</sub>	CL	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2		
1-55	OH	H	H	4-OCF <sub>3</sub>	0	2	融点 103	~ 105°C
1-56	OH	Н	4-C2	4-OCF 3	0	2	融点 101	~ 102°C

#### 【0128】実施例3〔製剤の調製〕

#### (1) 粒剤の調製

化合物(1-1) を5重量部、ベントナイト35重量部、タルク57重量部、ネオペレックスパウダー(商品名;花 王株式会社製)1重量部及びリグニンスルホン酸ソーダ 40 2重量部を均一に混合し、次いで少量の水を添加して混 練した後、造粒、乾燥して粒剤を得た。

### 【0129】(2) 水和剤の調製

化合物(1-1)を10重量部,カオリン70重量部,ホワイトカーボン18重量部,ネオペレックスパウダー(商品名;花王株式会社製)1.5重量部及びデモール(商品名;花王株式会社製)0.5重量部とを均一に混合し、次いで粉砕して水和剤を得た。

#### 【0130】(3) 乳剤の調製

化合物(1-i) を20重量部及びキシレン70重量部に、

トキサノン(商品名;三洋化成工業製) 10重量部を加 えで均一に混合し、溶解して乳剤を得た。

# .【0131】(4) 粉剤の調製

化合物(1-1) を5重量部, タルク50重量部及びカオリン45重量部を均一に混合して粉剤を得た。

#### 【0132】実施例4〔効力試験〕

 (1) サツマイモネコブセンチュウに対する効力試験 実施例3に準じて調製した表3~6に示す化合物(1) の各水和剤を水で300ppmに希釈し、そのうち0. 1mlを試験管にとり、サツマイモネコブセンチュウ約 500頭を含む水溶液0.9mlを加えた(終濃度30 ppm)。次に、これらの試験管を25℃の定温室に放 置し、2日後に顕微鏡下で観察して殺線虫率を求めた。 殺線虫効果の評価は、殺線虫率の範囲によって、A~D の4段階(A:100%, B:100未満~80%, C:80未満~60%, D:60%未満) で示した。これらの結果を表7に示す。

[0133]

【表7】

表7 サツマイモネコプセンチュウに対する効力試験

化合物	効 果
1 - 2 1 - 3 1 - 1 4 1 - 1 5 1 - 1 6 1 - 1 6 1 - 1 3 1 - 3 5 1 - 3 7 1 - 3 8 1 - 4 3 1 - 4 6	A A A A A A A A A A A A A A A A A A A

【0134】(2) ナミハダ二卵に対する効力試験 実施例3に準じて調製した表3~6に示す化合物(1) の各水和剤を界面活性剤(0.01%)を含む水で30 20 0ppmに希釈し、これらの各薬液中に15頭のナミハ ダニ雌成虫を24時間寄生産卵させた後に成虫を除去し た各インゲン葉片(直径20mm)を10秒間づつ浸漬 した。次に、これらの各薬片を入れた試験管を25℃の 定温室に放置し、6日後に各薬片における未羽化数を数 まて殺卵率を求めた。

【0135】殺卵効果の評価は、殺卵率の範囲によって、A~Dの4段階(A:100%, B:100未満~80%, C:80未満~60%, D:60%未満)で示した。これらの殺卵効果の評価の結果を表8に示す。

[0136]

【表8】

表 8 ナミハダニ卵に対する効力試験

化合物	効 果
1 - 2 1 - 4 1 - 1 3 1 - 1 9 1 - 3 0 1 - 3 5 1 - 4 6	A A A A A

[0137](3) イネいもち病に対する防除効力試験 (予防効果)

直径6cmのプラスチック植木鉢に1鉢あたり10本のイネ(品種;日本晴)を育成し、1.5葉期の幼植物体に、実施例3に準じて調製した表3~6で示した化合物(1)の各水和剤を、界面活性剤(0.05%)を含む水で500ppmに希釈して、1鉢あたり20mlづつ散布した。散布後、2日間ガラス温室で栽培し、次い

で、罹病葉から調製したイネいもち病菌の分生胞子懸濁 50

液を植物葉に均一に噴霧接種した。接種後、5日間28 ℃湿室内で育成し、葉に現れたイネいもち病病斑の程度 を調査した。

34

【0138】殺菌効果の評価は、無処理区の病斑の程度と比較して、0~5の6段階(0:全体が罹病、1:病斑面積が60%程度、2:病斑面積が40%程度、3:病斑面積が20%程度、4:病斑面積が10%以下、5:病斑無し)で示した。その結果を表9に示す。【0139】

10 【表9】

表 9 イネいもち病に対する効力試験 (予防効果)

化合物	効 果
1 - 1 1 - 2 1 - 8 1 - 1 0 1 - 1 3 1 - 1 9 1 - 4 6 1 - 5 5 1 - 5 6	3 1 4 1 1 2 2 2 2
無処理区	0

【0140】(4) コムギ赤さび病に対する防除効力試験 (予防効果)

直径6cmのプラスチック植木鉢に1鉢あたり10本づつコムギ(品種;コブシコムギ)を育成し、1.5葉期の幼植物体に、実施例3に準じて調製した表3~6で示した化合物(1)の水和剤を、界面活性剤(0.05%)を含む水で500ppmに希釈して、1鉢あたり20mlで散布した。散布後、2日間ガラス温室で栽培し、次いで、コムギ赤さび病菌の胞子懸濁液(3×10% 胞子/ml)を植物体に均一に噴霧接種した。接種後、1週間ガラス温室内で育成し、第一葉に現れたコムギ赤さび病病斑の程度を調査した。その結果を、前記の(3)に記載した6段階の評価方法で、表10に示す。

[0141]

【表10】

30

表 10 コムギ赤さび病に対する効力試験 (予防効果)

化合物	効 果
1 - 1 1 - 2 1 - 8 1 - 1 1 - 1 1 - 1 1 - 3 1 - 3 1 - 3 1 - 5 1 - 5 1 - 5 1 - 5 1 - 5 1 - 1 1 - 1	433112312432
無処理区	0

[0142]

【発明の効果】本発明の新規なN-〔(フルオロアルコ \* 線虫、殺ダニ、殺菌などの優れた効果を有するものであ

36

キシ)フェノキシアルキル]ベンズアミド誘導体は、殺\* る。

## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 7 C 217/20		7457 — 4 H	C 0 7 C 217/20	
231/02			231/02	
235/48		9547 — 4 H	235/48	
235/60		9547-4H	235/60	
253/30		8927 - 4H	253/30	
255/57		8927 - 4H	255/57	
327/48		7106 - 4 H	327/48	

## (72)発明者 田中 辰美

山口県宇部市大字小串1978番地の5 宇部 興産株式会社宇部研究所内